

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-003771

(43)Date of publication of application : 09.01.1996

(51)Int.Cl.

C23F 4/00

C00B 41/91

(21)Application number : 06-139071

(71)Applicant : DAIDO HOXAN INC

(22)Date of filing : 21.06.1994

(72)Inventor : TAWARA MASAOKI

KITANO KENZO

AOKI KANJI

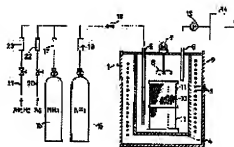
SHIMADA NAOHISA

(54) TREATMENT OF STEEL SURFACE

(57)Abstract:

PURPOSE: To easily remove a white layer by bringing a heated steel with a hardened surface layer formed by nitriding and having a brittle white layer on the surface into contact with gaseous fluorine.

CONSTITUTION: A steel work 10 is placed in a metallic container 11 and set in an inner vessel 4 provided with a heater 3 in a heat-treating furnace 1, the inner vessel 4 is evacuated by a vacuum pump 13 and heated by the heater 3, and a nitriding gas consisting essentially of NH_3 is introduced from a gas inlet pipe 5. The nitriding gas in the inner vessel 4 is agitated by a fan 8 and brought into contact with the heated steel work 10 to form a nitrided and hardened layer on the surface. In this case, since a white layer as a brittle pseudo ceramic layer is formed on the surface of the nitrided and hardened layer, a fluorine gas such as NF_3 , etc., mixed with a minute amt. of air is introduced into the inner vessel 4 together with gaseous N_2 as a carrier gas, hence the white layer is made brittle and easily removed by shot blasting, etc., and a surface-hardened steel having a nitrided and hardened layer is produced.



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 表面に窒化硬化層が形成されこの窒化硬化層の最表層部に擬似セラミック層（白層）が形成された鋼材を対象とし、この鋼材を加熱状態でフッ素系ガスに接触させ上記擬似セラミック層を除去しない脆化させるようにしたことを特徴とする鋼材表面の処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、鋼材表面の処理方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来、一般機械部品に対する汎用硬化処理技術として、焼入硬化技術が盛んに用いられているが、この焼入硬化技術は歪み、変形等が大きいため、近年、処理温度の低い窒化硬化技術への転換が望まれている。この窒化硬化技術は、鋼の歪みを伴わない硬化技術で、歪みの発生が少なく、精密機械部品に好適に用いられているが、浸炭焼入法や高周波焼入法に比べ、窒化時間が長いこと、およびこの窒化時間が長いことから最表層部に白層と呼ばれる脆弱層が形成されるという欠点がある。この白層は、 $\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}$ 、 $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$ 等の窒化物から構成されていると見られており、白層の厚みが増してゆくにつれてその表層部に近い部分のN濃度は増加し、金属のマトリクスは殆ど消滅してセラミック質に近い状態となる。このため、白層はその表面硬度が極めて低く、また脆くなっており、実用途での機械的日的に耐え得ないばかりか、表層剥離に伴う焼付やかじりを助長したり、疲労強度を減少させたりする等の原因となる。

【0003】 このような白層の厚みは、窒化温度と窒化時間とアンモニア雰囲気（N）ポテンシャルに最も大きく影響され、一般に5～30μmに達するが、形成後はエアブラストやホーニングで簡単に除去することができず、ハンドラップ等の高価な除去処理を必要としている。したがって、一般には、窒化プロセスを通して白層の成長を制御する方法が採られている。いわゆる、二段窒化と呼ばれる方法であり、アンモニア雰囲気中の

〔N〕ポテンシャルを二段階に分け、後半における〔N〕ポテンシャルを前半における〔N〕ポテンシャルに比べ極めて小さく設定して、白層の厚みをコントロールしている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上記二段窒化法では、窒化硬化深さが、一義的に窒化温度と窒化時間に影響を受け、二義的にアンモニア雰囲気中の〔N〕ポテンシャルに影響を受けるため、このような白層の成長制御の方法は、浸炭焼入法や高周波焼入法と同レベルの硬化層を得ようとする場合、極めて不都合といえる。このように、上記白層を簡単な方法で除去することができず、上記窒化硬化技術への転換が困難になっ

ている。

【0005】 この発明は、このような事情に鑑みられたもので、窒化層表層部に形成される脆弱な白層を簡単に除去することのできる鋼材表面の処理方法の提供をその目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】 上記の目的を達成するため、この発明の鋼材表面の処理方法は、表面に窒化硬化層が形成されこの窒化硬化層の最表層部に擬似セラミック層（白層）が形成された鋼材を対象とし、この鋼材を加熱状態でフッ素系ガスに接触させ上記擬似セラミック層を除去しない脆化させるようにしたという構成をとる。

【0007】

【作用】 すなわち、この発明の鋼材表面の処理方法は、窒化により、表面に窒化硬化層が形成されこの窒化硬化層の最表層部に白層が形成された鋼材を、窒化終了後に加熱状態でフッ素系ガスに接触させている。その結果、フッ素原子の存在により白層のFe-N結合が破壊されて白層がエッチング除去されるか、あるいは白層組織が浸食され変質されて崩壊しやすい物質に変えられる。これにより、白層をショットブラスト等の簡易な手段によって除去することができるようになる。

【0008】 この発明を、詳しく説明する。

【0009】 この発明の方法に用いるフッ素系ガスとは、 NF_3 、 CF_4 、 C_2F_6 、 HF 、 F_2 から選ばれた少なくとも一つのフッ素素源成分をN；等の不活性ガス中に含有させたものこという。これらフッ素素源成分の中でも、反応性、取扱性等の面で NF_3 が最も優れており実用的であり、 $\text{NF}_3 + \text{N}_2 + \text{A i g}$ の組合わせが更により効果的にエッチングできるという特長を備えている。

【0010】 この発明の方法を具体的に説明すると、図1に示す熱処理炉1内に鋼製ワーク10を装入する。この炉1は、外殻2内に設けたヒータ3の内側に内容器4を入れたピット炉で、ガス導入管5と排気管6が内容器4内に挿入されている。ガス導入管5にはポンベ15から流量計17、バルブ18等を經由してガスが供給される。内部の雰囲気はモータ7で回転するファン8によって攪拌される。上記ワーク10は金属製のコンテナ11に入れられて炉1内に装入される。図1において、18は真空ポンプ、14は除雪装置である。上記ワーク10の窒化は、炉1の内容器4内に既存の窒化用ガス（例えば、 NH_3 、単独的いは $\text{NH}_3 + \text{RX}$ の混合ガス）を導入することにより行われる。上記ワーク10の表面に、所定の窒化硬化層の厚みを確保するのに十分な窒化を終了したのち、従来では、ワーク10を、上記窒化用ガスを遮断して冷却工程に入れるが、窒化室とは別に設けた冷却室に移動し炉1外に取り出すかしていたのであるが、この発明では、ポンベ15からの窒化用ガスの供給を遮

断したのち、同温度かもししくは高い温度にした状態で（この処理温度は、550～600℃が最適であり、450℃以下では反応効率が悪く、実用的ではない）、ボンベ16号ガス供給管20、21から流量計19、22、23、バルブ18等を経由して新たに $\text{NF}_3 + \text{H}_2 + \text{N}_2$ 、 $\text{NF}_3 + \text{H}_2 + \text{O} + \text{N}_2$ 、 $\text{NF}_3 + \text{Air} + \text{N}_2$ 等のフッ素系ガスを主成分とする混合ガスを10～40分間吹き込む。ここで、 N_2 はキャリアガスであり、 H_2 、 H_2O 、 Air はエッチング反応を促進させるために微量混入される。

【0011】この発明では、窒化終了後に、10～40分間フッ素系ガスを主成分とする混合ガスをワークに吹きかけるだけで白層の厚みをコントロールすることができるため、前述の二段窒化法のように窒化温度を下げたり【N】ポテンシャルを小さくする等深い窒化硬化層を確保する上で不都合な窒化条件の選定をする必要がなく、しかも、深い硬化層を得る上で最適な温度と【N】ポテンシャルでもって、窒化プロセスを終結できるという大きな特長を持っている。この特長は二段窒化法より窒化時間を50～100％短縮できるという、経済的メリットをもたらすことになる。

【0012】

【発明の効果】以上のように、この発明によれば、深い硬化層を得る上で最適、最高の窒化条件で鋼材を窒化したのち、加熱状態でフッ素系ガスに接触させることにより、上記鋼材の窒化硬化層の最表層部に形成された白層の $\text{Fe}-\text{N}$ 結合を、フッ素原子の存在により破壊して、エッチング除去し、あるいは白層組織を崩壊しやすい物質に変えることができる。したがって、上記白層をショットブラスト等の簡易な手段によって除去することができ

【0013】つぎに、実施例を説明する。

【0014】

【実施例1】調質済の熱間ダイス鋼（SKD61）2t板サンプルを、図1に示す炉に入れ、550℃の温度で、窒化ガスとして100％ NH_3 を用い、窒化ガスの流量SV10（置換率10）で2時間窒化して取り出した。硬化層の状況を調査したところ、表面硬度HV：1150、硬化層の深さ70μm、顕微鏡による白層の厚みは8μmであった。この窒化した板サンプルをさらに同一の炉で580℃に昇温し、10％ $\text{NF}_3 + 5\%$ $\text{Air} + 85\%$ N_2 の混合ガスを20分間吹き込んだのち、炉冷却して取り出した。このサンプルにつき、顕微鏡的

に白層の厚みを調べたところ、2μmであった。

【0015】

【実施例2】SCM435製のリングギアを、図1に示す炉に入れ、570℃の温度で、アンモニア吹き込み条件75％ $\text{NH}_3 + 25\%$ N_2 、SV8で18時間吹き込んだあと完全に遮断し、つぎに10％ $\text{NF}_3 + 1\%$ $\text{Air} + 89\%$ N_2 をSV2で10分間吹き込み、炉冷却して取り出した。この取り出したギアにつき、さらにガラスビーズをショット材としたブラストを2分間かけたものと、末ブラスト状態のものと、硬化層の厚みを調査したところ、いずれも820μmであったが、図2（ブラストしたものの顕微鏡写真）および図3（末ブラスト状態のものの顕微鏡写真）に示すように、ブラストしたものの白層の厚みが5μmで表面状態は良好であったが、末ブラスト状態のものでは、白層の外側に黒色を呈した極めて脆い無機質層が認められた。

【0016】

【比較例1】SCM435製のリングギアを520℃でアンモニア条件75％ $\text{NH}_3 + 25\%$ N_2 、SV8で8時間吹き込み、そののち、さらに580℃に昇温し25％ $\text{NH}_3 + 75\%$ N_2 、SV4のアンモニア条件で保持し、冷却して取り出した。本比較材の硬化層の深さは550μm、白層の厚みは10μmであった（図4参照）。

【0017】

【比較例1】上記実施例2と同様な手順で窒化してリングギアサンプルの硬化層を調べたところ、硬化層の深さ520μm、白層の厚み25μmであった（図5参照）。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明に用いる熱処理炉の説明図である。

【図2】実施例1においてブラストされた鋼材断面の金属組織を示す顕微鏡写真（倍率600）である。

【図3】実施例1において末ブラスト状態の鋼材断面の金属組織を示す顕微鏡写真（倍率600）である。

【図4】比較例1により処理された鋼材断面の金属組織を示す顕微鏡写真（倍率600）である。

【図5】比較例2により処理された鋼材断面の金属組織を示す顕微鏡写真（倍率600）である。

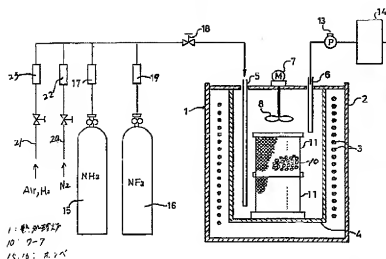
【符号の説明】

1 熱処理炉

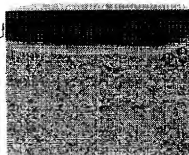
10 ワーク

15、16 ボンベ

【図1】



【図2】



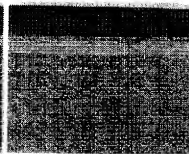
【図3】



【図4】



【図5】



【手続補正書】

【提出日】平成6年6月22日

【手続補正1】

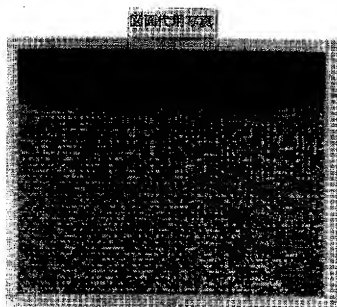
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図2

【補正方法】変更

【補正内容】

【図2】



【手続補正 2】

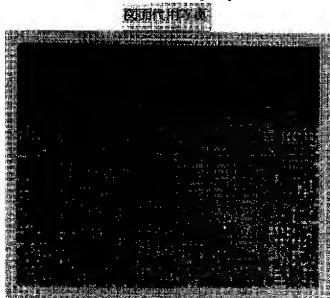
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図 3

* 【補正方法】変更

【補正内容】

* 【図 3】



【手続補正 3】

【補正対象書類名】図面

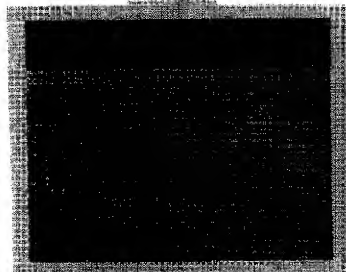
【補正対象項目名】図 4

【補正方法】変更

【補正内容】

【図 4】

図面代用写真



【手続補正4】

【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図5

* 【補正方法】変更

【補正内容】

* 【図5】

図面代用写真



【手続補正書】

【提出日】平成6年6月30日

【手続補正1】

【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図1

【補正方法】変更

【補正内容】

【図1】

